

From the INTERNATIONAL BUREAU

**PCT**

## NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

To:

Commissioner  
US Department of Commerce  
United States Patent and Trademark  
Office, PCT  
2011 South Clark Place Room  
CP2/5C24  
Arlington, VA 22202  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE  
in its capacity as elected Office

Date of mailing:

08 March 2001 (08.03.01)

International application No.:

PCT/JP00/05334

Applicant's or agent's file reference:

SF-686

International filing date:

09 August 2000 (09.08.00)

Priority date:

31 August 1999 (31.08.99)

Applicant:

NISHIDA, Hiroyasu et al

1. The designated Office is hereby notified of its election made:



in the demand filed with the International preliminary Examining Authority on:

28 December 2000 (28.12.00)



in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was



was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO  
34, chemin des Colombettes  
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

Authorized officer:

J. Zahra

Telephone No.: (41-22) 338.83.38

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2001年3月8日 (08.03.2001)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 01/16026 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C01F 7/00, B41J 2/01 (NISHIDA, Hiroyasu) [JP/JP]. 榎本直幸 (ENOMOTO, Naoyuki) [JP/JP]. 小松通郎 (KOMATSU, Michio) [JP/JP]; 〒808-0027 福岡県北九州市若松区北湊町13番2号 触媒化成工業株式会社 若松工場内 Fukuoka (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP00/05334
- (22) 国際出願日: 2000年8月9日 (09.08.2000)
- (25) 国際出願の言語: 日本語 (74) 代理人: 鈴木俊一郎 (SUZUKI, Shunichiro); 〒141-0031 東京都品川区西五反田七丁目13番6号 五反田山崎ビル6F 鈴木国際特許事務所 Tokyo (JP).
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ: 特願平11/245496 1999年8月31日 (31.08.1999) JP (81) 指定国 (国内): JP, KR, US.
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 触媒化成工業株式会社 (CATALYSTS & CHEMICALS INDUSTRIES CO., LTD.) [JP/JP]; 〒210-0913 神奈川県川崎市幸区堀川町580番地 Kanagawa (JP). (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (DE, FR, GB).
- 添付公開書類:  
— 国際調査報告書
- (72) 発明者; および  
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 西田広泰
- 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: NOVEL ALUMINA HYDRATE PARTICLES ALUMINA HYDRATE PARTICLE DISPERSION SOL AND LIQUID COATING FOR FORMING INK-RECEIVING LAYER AND SUBSTRATE HAVING INK-RECEIVING LAYER

(54) 発明の名称: 新規なアルミナ水和物粒子、アルミナ水和物粒子分散ゾルおよびインク受容層形成用塗布液およびインク受容層付基材

(57) Abstract: Alumina hydrate particles having a composition represented by the formula:  $M_2O \cdot y(NH_4)_2O \cdot Al_2O_3 \cdot zH_2O$ , wherein  $[2 \times 10^{-4} \leq x \leq 25 \times 10^{-4}, 0.1 \times 10^{-4} \leq y \leq 20 \times 10^{-4}, 0.6 \leq z \leq 2.5]$ , and M is an alkali metal], having an average particle diameter of 0.02 to 0.2  $\mu m$  and a total pore volume in a range of 0.5 to 1.5 ml/g provided that the total pore volume of the pores having a pore diameter of 15 to 30 nm is 0.3 to 1.0 ml/g. The alumina hydrate particles have a greater pore volume together with a specific range of pore diameter, and a high concentration dispersion sol prepared therefrom exhibits a low viscosity and high transparency. The alumina hydrate particles can be used for forming an ink-receiving layer which provides high stability of dyes, rapid absorption and a large absorption volume for an ink, and no occurrence of bleeding.



---

(57) 要約:

細孔容積が大きく、かつ特定の細孔径の範囲にあり、高濃度の分散ゾルにした時の粘度が低く、しかも透明性の高いアルミナ水和物粒子に関する。

式  $xM_2O \cdot y(NH_4)_2O \cdot Al_2O_3 \cdot zH_2O$  [ $2 \times 10^{-4} \leq x \leq 25 \times 10^{-4}$ 、 $0.1 \times 10^{-4} \leq y \leq 20 \times 10^{-4}$ 、 $0.6 \leq z \leq 2.5$ 、Mはアルカリ金属]で表される組成を有し、平均粒子径は $0.02 \sim 0.2 \mu m$ の範囲にあり、全細孔容積が $0.5 \sim 1.5 ml/g$ の範囲にあり、かつ細孔径が $15 \sim 30 nm$ の範囲にある細孔の細孔容積が $0.3 \sim 1.0 ml/g$ の範囲にあるアルミナ水和物粒子が提供される。前記アルミナ水和物粒子をインク受容層形成用を使用すると、色素の安定性に優れるとともに、インクの吸収速度が早く、吸収容量も大きく、しかも滲みが生じることもない。

## 明 細 書

新規なアルミナ水和物粒子、アルミナ水和物粒子分散ゾル  
およびインク受容層形成用塗布液およびインク受容層付基材

## 技 術 分 野

本発明は、アルミナ水和物粒子および該粒子分散ゾルならびに該粒子を用いたインク受容層形成用塗布液に関する。さらに詳しくは、アルカリ金属酸化物およびアンモニア成分が極少量存在したアルミナ水和物粒子であって、水分散体にしたときに粘度が低く、透明性が高いアルミナ水和物粒子、および該粒子が分散したゾルならびに該粒子を含むインク受容層形成用塗布液および該塗布液を用いて得られたインク受容層付基材に関する。

## 背 景 技 術

従来から、シリカ、アルミナ、アルミナ水和物などの金属酸化物微粒子、金属水酸化物微粒子あるいはこれらを溶媒に分散させたゾルは種々の用途に用いられている。具体的には、触媒、触媒担体、膜形成材、樹脂中のフィラー、種々バインダー、滑り性向上剤、潤滑剤、増粘剤、化粧料配合剤などの用途が挙げられる。

昨今、このアルミナ、アルミナ水和物粒子を、印刷記録媒体用の受容層形成用を使用することに対して期待が高まっている。たとえば、特公平 3 - 2 4 9 0 6 号公報には、カチオン性水和アルミニウム酸化物を含む受容層を有する記録媒体が水溶性染料インクでの印刷に好適であることが記載されている。

また、特公平4-115984号公報には、擬ベーマイトアルミナからなる層の上に多孔性シリカからなる層を設けた記録用シートは、透明性が高くインクの吸収性が高いことが記載されている。

さらにまた、特開平6-55829号公報には、平均粒子径が2~50  $\mu\text{m}$ 、平均細孔直径が8~50 nm、細孔容積が0.8~2.5 cc/gの多孔性シリカ粒子からなる層を有し、その上層に、アルミナゾルを乾燥して得られる擬ベーマイト多孔質層を有する記録用シートは、インクの吸収性が高く、色素の安定性が良好であることが記載されている。

これとは別に、本願発明者らは特願平10-206284号において酸化物粒子表面に、特に金属カチオンが $\text{Al}^{3+}$ であるカチオン性水和金属化合物を担持した正のゼータ電位を持つ酸化物粒子を含むインク受容層形成用塗布液を用いて形成したインク受容層付記録用シートであって、滲みがなく、鮮明に印刷することが可能であり、かつ耐水性、耐候性、退色性などに優れたものを提案している。

しかしながら、従来の細孔径の小さいあるいは細孔容積の小さいアルミナ粒子を用いた場合は、色素の安定性に優れるものの、インクの吸収速度が遅く吸収容量も小さいために滲みが生じたり、不鮮明になることがあった。

また、アルミナ、アルミナ水和物粒子の平均細孔径は、通常、約5~15 nmの範囲にあり、これ以上の細孔径の大きなものが得られにくく、仮に得られたとしても細孔容積が減少していたり、さらには2次処理や特別な方法を必要とするなど、経済的に不効率であるという問題もあった。

さらにまた、従来のアルミナまたはアルミナ水和物粒子分散ゾルは粘度が高くなったり、粒子が凝集しやすいために、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 濃度が約8重量%以上の高濃度のゾルを調製しにくく、このため低濃度ゾルを輸送することになるため輸送費用がかさんだり、上記したような用途に使用するに際して低濃度ゾルしか調製できないために、たとえば、被膜形成時に低濃度であるために被膜を厚くすることができず、また膜厚を厚くするためには塗布液の塗布乾燥を繰り返すことが必要となるなど、多くの問題を有していた。

しかも、従来のアルミナまたはアルミナ水和物粒子を用いて高濃度のゾルを調製したとしても、透明性が低下したり粘度が高くなりすぎたりするなどの問題があった。

特に、多孔質のアルミナでは透明性が高く、粘度が低いゾルを得ることは困難であった。

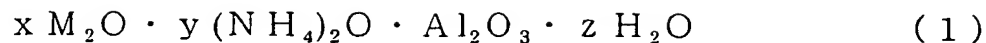
本発明は、上記のような従来技術の問題点を解決するためになされたものであって、細孔容積が大きくかつ特定の細孔径の範囲にあるアルミナ水和物粒子、および高濃度であっても粘度が低く、透明性が高いアルミナ水和物粒子分散ゾルを提供することを目的としている。

また、本発明は前記アルミナ水和物粒子を用いたインク受容層形成用塗布液および該塗布液を使用したインク受容層付基材を提供することを目的としている。

#### 発明の開示

本発明に係るアルミナ水和物粒子は、下記一般式（1）で表され

る組成を有し、



$$2 \times 10^{-4} \leq x \leq 25 \times 10^{-4}$$

$$0.1 \times 10^{-4} \leq y \leq 20 \times 10^{-4}$$

$$0.6 \leq z \leq 2.5$$

(式中、Mはアルカリ金属、xはアルカリ金属を $M_2O$ で表したときの $Al_2O_3$  1モルに対するモル数、yはアンモニアを $(NH_4)_2O$ で表したときの $Al_2O_3$  1モルに対するモル数、zは $Al_2O_3$  1モルに対する水和水( $H_2O$ )のモル数を示す) 平均粒子径が $0.02 \sim 0.2 \mu m$ の範囲にあり、

全細孔容積が $0.5 \sim 1.5 ml/g$ の範囲にあり、かつ

細孔径が $15 \sim 30 nm$ の範囲にある細孔の細孔容積が $0.3 \sim 1.0 ml/g$ の範囲にあることを特徴としている。

本発明に係るアルミナ水合物の製造方法は、アルミン酸アルカリ金属塩水溶液またはアルミニウム塩水溶液を中和することによってアルミナヒドロゲルを調製し、

アルミナヒドロゲルを濾過し、水および／またはアンモニア水で洗浄し、

アルミナヒドロゲルのpHを $9 \sim 12$ の範囲に調整し、かつ温度を $50 \sim 105^\circ C$ の範囲にして、アルミナヒドロゲルを熟成し、

アルミナヒドロゲルに酸を添加することによって解膠してアルミナヒドロゾルを調製したのち、

該アルミナヒドロゾルを乾燥することを特徴としている。

本発明に係るアルミナ水合物粒子分散ゾルは、前記記載アルミナ

水和物粒子が水に分散したものである。このアルミナ水和物粒子分散ゾルは、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 濃度20重量%にしたときの粘度が50～2000 CP の範囲にあることが好ましい。また、このアルミナ水和物粒子分散ゾルは $\text{Al}_2\text{O}_3$ 濃度20重量%のときの吸光度(ABS)が0.6以下であることが好ましい。

本発明に係るインク受容層形成用塗布液は、前記記載のアルミナ水和物粒子と バインダーとが、

水および／または有機溶媒に分散していることを特徴としている。

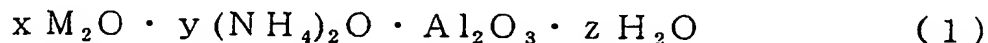
本発明に係るインク受容層付基材は、基材シート上に前記インク受容層形成用塗布液からインク受容層が形成されてなる。

#### 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明に係るアルミナ水和物粒子、アルミナ水和物粒子分散ゾルおよびインク受容層形成用塗布液について具体的に説明する。

#### [アルミナ水和物]

本発明に係るアルミナ水和物は、下記一般式(1)で表されることを特徴とするものであり、特定の比でアルカリ金属およびアンモニアを含むものである。



(式中、Mはアルカリ金属、xは $\text{Al}_2\text{O}_3$ 1モルに対するアルカリ金属を $\text{M}_2\text{O}$ で表したときのモル数、yは $\text{Al}_2\text{O}_3$ 1モルに対するアンモニアを $(\text{NH}_4)_2\text{O}$ で表したときのモル数、zは $\text{Al}_2\text{O}_3$ 1モルに対する水和水を $\text{H}_2\text{O}$ で表したときのモル数を示す)

アルミナ水和物粒子中のアルカリ金属を $\text{M}_2\text{O}$ で表したときのモ



ル数  $x$  は、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  1 モルに対して  $2 \times 10^{-4} \sim 2.5 \times 10^{-4}$  モル、好ましくは  $3 \times 10^{-4} \sim 2.0 \times 10^{-4}$  モルの量の範囲にあることが望ましい。アルカリ金属酸化物  $\text{M}_2\text{O}$  の量が  $2 \times 10^{-4}$  モル未満では、アルミナ水和物粒子を用いて形成したインク受容層付記録シートに印刷を施したときに、変色することがある。これは、アルカリ金属酸化物の量が  $2 \times 10^{-4}$  モル未満では、アルミナ水和物の表面活性が高くなるため染料などの有機物に変質するためと推測される。また、アルカリ金属酸化物の量が  $2.5 \times 10^{-4}$  モルを越えるとアルミナ水和物粒子が分散したゾルの安定性が低下したり、粘度が高くなることがあるので、高濃度のゾルを得ることが困難となることがある。

また、アルミナ水和物粒子中のアンモニアを  $(\text{NH}_4)_2\text{O}$  で表したときのモル数  $y$  は、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  1 モルに対して  $0.1 \times 10^{-4} \sim 2.0 \times 10^{-4}$  モルの範囲である。 $(\text{NH}_4)_2\text{O}$  の量が  $0.1 \times 10^{-4}$  モル未満では、アルミナ水和物粒子を用いて形成したインク受容層付記録シートに印刷した場合、印刷色に変色することがある。また、 $(\text{NH}_4)_2\text{O}$  の量が  $2.0 \times 10^{-4}$  モルを越えるとアルミナ水和物粒子が分散したゾルの安定性が低下したり粘度が高くなることもあり高濃度のゾルを得ることが困難になることがある。

さらに、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  1 モルに対する水和水 ( $\text{H}_2\text{O}$ ) のモル数  $z$  は  $0.6 \sim 2.5$  モルの範囲にある。

水和水の量が  $0.6$  モル未満では、粒子の分散性が低下することがあり、また粒子の電荷量が小さくなりインクの吸着性が低下する傾向にあり、 $2.5$  モルを越えると粒子の細孔容積が小さくなりインクの吸収性が低下する傾向にある。

ここで、水和水とはアルミナ水和水粒子を $100^{\circ}\text{C}$ で2時間乾燥した後であっても残存している水分をいい、このような水和水は、 $100^{\circ}\text{C}$ で2時間乾燥した試料を $\text{N}_2$ 気流中で $600^{\circ}\text{C}$ まで昇温したとき発生するガス中の水分をカールフィッシャー法によって定量される。

このようなアルミナ水和水粒子は、平均粒子径が $0.02 \sim 0.2 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.03 \sim 0.15 \mu\text{m}$ の範囲にあることが望ましい。

アルミナ水和水粒子の平均粒子径が $0.02 \mu\text{m}$ 未満ではアルミナ水和水粒子分散ゾルの粘度が高くなり、これを用いて調製するインク受容層形成用塗布液も粘度が高くなり、塗工性が低下することがある。また、アルミナ水和水粒子の平均粒子径が $0.2 \mu\text{m}$ を越えると、分散ゾルにおいては透明性が低下することがあり、このため得られるインク受容層の透明性、印刷画像の鮮明さが低下することがある。

なお、アルミナ水和水粒子の平均粒子径は、粒度分布測定装置（堀場製作所（株）製：CAPA-700）によって測定した。

このようなアルミナ水和水粒子の全細孔容積は、 $0.5 \sim 1.5 \text{ ml/g}$ 、好ましくは $0.6 \sim 1.4 \text{ ml/g}$ の範囲にあることが望ましい。全細孔容積が $0.5 \text{ ml/g}$ 未満では、アルミナ水和水粒子を使用して得られるインク受容層のインク吸収量が小さくなり鮮明な印刷ができない場合があり、 $1.5 \text{ ml/g}$ を越えるとインクの滲みができやすくなることがある。

またこのアルミナ水和水粒子における細孔径が $15 \sim 30 \text{ nm}$ の

範囲にある細孔の細孔容積は、 $0.25 \sim 1.0 \text{ ml/g}$ 、好ましくは $0.3 \sim 0.8 \text{ ml/g}$ の範囲にあることが望ましい。細孔径が $15 \sim 30 \text{ nm}$ の範囲の細孔容積が $0.25 \text{ ml/g}$ 未満の場合は、アルミナ水和物粒子を使用して得られるインク受容層のインク吸収量が小さくなるとともにインク吸収速度が遅くなるために滲みが生じたり鮮明な印刷ができない場合があり、 $1.0 \text{ ml/g}$ を越えると耐水性が低下する傾向にある。

なお、アルミナ水和物粒子の全細孔容積は、水銀圧入式ポロシメーター（アムコ社製：2000型）により細孔径が $600 \text{ \AA}$ 以上の細孔容積を求め、 $\text{N}_2$ 吸着法により細孔径が $600 \text{ \AA}$ 以下の細孔容積を求め、この2つの細孔容積の合計値を全細孔容積とした。また、細孔径が $15 \sim 30 \text{ nm}$ の範囲にある細孔の細孔容積は、前記全細孔容積測定の際に得られる細孔径が $15 \sim 30 \text{ nm}$ の範囲の細孔容積から求めた。

このようなアルミナ水和物粒子は、たとえば以下の製造方法によって製造される。

まず、アルミン酸アルカリ金属塩水溶液またはアルミニウム塩水溶液を中和することによってアルミナヒドロゲルを調製する。

アルミン酸アルカリ金属塩水溶液としては、アルミン酸ナトリウム、アルミン酸カリウムなどの水溶性塩水溶液が挙げられ、とくにアルミン酸ナトリウム水溶液が好適に使用される。

また、アルミニウム塩水溶液としては、硫酸アルミニウム水溶液、塩化アルミニウム水溶液などが挙げられ、硫酸アルミニウム水溶液が好適である。

より具体的には、アルミン酸アルカリ金属塩水溶液とアルミニウム塩水溶液とを、必要に応じてアルカリ金属の水酸化物および／またはアンモニア水等のアルカリまたは鉱酸、有機酸等の酸の存在下で中和すれば、アルミナヒドロゲルを調製することができる。また、アルミン酸アルカリ金属塩水溶液を鉱酸・有機酸などの酸性化合物で中和することによってもアルミナヒドロゲルを調製することができ、さらにアルミニウム塩水溶液をアルカリ金属の水酸化物および／またはアンモニア水によって中和することによってもアルミナヒドロゲルを調製することができる。

アルカリ金属の水酸化物水溶液としては、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化ストロンチウムなどの水溶液が挙げられ、このうち、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム水溶液が好適である。またアンモニア成分として、分解によってアンモニアを発生する尿素を用いることもできる。

鉱酸としては、硫酸、塩酸、硝酸などが挙げられ、有機酸としては酢酸、乳酸、クエン酸などが挙げられる。

このとき、必要に応じて結晶成長抑制剤を添加してもよい。結晶成長抑制剤としては、グルコン酸、アスパラギン酸、アジピン酸などのカルボン酸、グルコン酸塩、アスパラギン酸塩、アジピン酸塩などのカルボン酸塩が好ましく用いられる。

このような各水溶液の濃度としては、アルミナヒドロゲルが生成しうる量であれば、特に制限されるものではないが、生成する $\text{Al}_2\text{O}_3$ としての濃度が1～5重量%の範囲となるようにすることが望ましい。

調製したアルミナヒドロゲルのpHは約9～12であることが望ましい。

また調製時のアルミナヒドロゲルの液温は10～50℃の範囲あることが望ましい。

こうして調製したアルミナヒドロゲルは、濾過したのち、水および／またはアンモニア水を用いて洗浄して塩を除去する。このとき、アルミナ水和物粒子中のアルカリ金属が、酸化物換算で $2 \times 10^{-4}$ ～ $20 \times 10^{-4}$ モル／モル $Al_2O_3$ の範囲となるように洗浄する。

洗浄したアルミナヒドロゲルは、 $Al_2O_3$ としての濃度が約1～7重量%の範囲となるように水分を調整し、必要に応じてアンモニア水を加えてpHを9～12の範囲に調整し、次いで温度を50～105℃、好ましくは80～105℃の範囲にして、10～100時間加熱してアルミナヒドロゲルを熟成する。

なお、含まれているアンモニアは熟成中または熟成後にできるだけ飛散させて除去することが好ましい。このため必要に応じて、熟成を終了した後に減圧にするなどしてアンモニアを除去してもよい。アンモニア除去は、アルミナヒドロゲルスラリーのイオン電導度が10～1000  $\mu S/cm$  になるまで行うことが好ましい。このような範囲のイオン電導度にしておけば、最終的に得られる粒子中のアンモニアを $(NH_4)_2O$ で表したときに $0.1 \times 10^{-4}$ ～ $20 \times 10^{-4}$ モル／モル $Al_2O_3$ 以下にすることができる。

次いで、洗浄したアルミナヒドロゲルを酸添加によって解膠することによってアルミナヒドロゾルを得ることができる。このとき使用される酸としては、前記したような塩酸、硝酸などの鉱酸、酢酸

などの有機酸が挙げられる。

酸の添加量としては、解膠できる量であればできるだけ少ない量が好ましく、概ね  $\text{Al}_2\text{O}_3$  1 モルに対して酸 0.2 モル以下であることが望ましい。

解膠して得られたアルミナヒドロゾルは、熱風中で乾燥して本発明に係るアルミナ水和物粒子が製造される。また、得られたアルミナ水和物粒子を水に分散させることによって本発明のアルミナ水和物粒子分散ゾルを得ることができる。

このときの乾燥方法は、得られるアルミナ水和物粒子の分散性を損なわない方法であれば特に制限はないが、特にスプレードライなどの噴霧乾燥法は分散性を損なうことが少ないので好ましい。

噴霧乾燥する際は、噴霧乾燥域に供給する熱風温度は  $150 \sim 400^\circ\text{C}$  の範囲が好ましく、乾燥域からの排気ガスの温度は  $60 \sim 150^\circ\text{C}$  の範囲にあることが好ましい。

噴霧乾燥域に供給する熱風温度が  $150^\circ\text{C}$  未満では、前記したアルミナ水和物粒子中のアンモニアを  $(\text{NH}_4)_2\text{O}$  で表したときの量を、 $20 \times 10^{-4}$  モル/モル  $\text{Al}_2\text{O}_3$  以下にすることができず、本願発明の高濃度で低粘度かつ高透明性のアルミナ水和物粒子、アルミナ水和物粒子ゾルが得られないことがある。また、 $400^\circ\text{C}$  を越えるとアンモニアを  $(\text{NH}_4)_2\text{O}$  で表したときの量が  $0.1 \times 10^{-4}$  モル/モル  $\text{Al}_2\text{O}_3$  以下となることができるが、溶媒（水）への分散性が低下し、安定で均一なゾルあるいは塗膜形成用の塗工液を得ることが困難となる。また、印刷色の変色の原因となることがある。

[アルミナ水和物粒子分散ゾル]

本発明に係るアルミナ水和物粒子分散ゾルは、以上のようなアルミナ水和物粒子が水に分散したものである。

このようなアルミナ水和物粒子分散ゾルは、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ としての濃度が20重量%にしたときの粘度が50～2000CP、好ましくは100～500CPの範囲にあることが望ましい。

粘度が50CP未満では、インク受容層形成用塗布液などの塗工液の粘度も低くなるため厚膜の塗膜を1度の塗布で形成することが困難となることがある。また、2000CPを超えると塗工液の粘度が高くなりすぎることもあり、このため塗工液のハンドリングが困難となったり、粘度を下げるために塗工液を希釈すると却って厚膜の塗膜を1度の塗布で形成することが困難となることがある。

また、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ としての濃度を20重量%に調製したときのゾルの吸光度(ABS)は、2.0以下、好ましくは1.5以下であることが望ましい。吸光度が2.0を越えると、アルミナ水和物粒子を使用して得られる被膜の透明性が不十分となることがある。

なお、粘度は、粘度測定装置(TOKIMEC, INC(社)製:BM型)を用いて測定し、吸光度は、分光光度計(日立製作所(株)製:U-2000型)を用いて波長550nmの吸光度を測定した。

本発明に係るアルミナ水和物粒子分散ゾルは、上記した特定の組成を有するアルミナ水和物粒子が分散しているので、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ としての濃度を40重量%程度まで高めることができる。なお、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ としての濃度が40重量%を越えると、塗工液の粘度が高くなり、塗工液のハンドリングができない場合があり、均一な膜厚の塗膜を形成することが困難となる場合がある。

### [インク受容層形成用塗布液]

本発明のインク受容層形成用塗布液は、以上のようなアルミナ水和物粒子とバインダーとが、水および／または有機溶媒に分散していることを特徴としている。

### バインダー

本発明のインク受容層形成用塗布液に用いられるバインダーとしては、主として親水性ポリマーが使用され、具体的には、ポリビニルアルコール、変性ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドンなどである。さらにこれらは、変性して使用することもできる。また、疎水性ポリマーをバインダーとして使用することもできる。

これらバインダーの使用量は、バインダーの種類によっても異なるが、アルミナ水和物粒子に対して5～60重量%、好ましくは10～40重量%の範囲にあることが好ましい。

バインダー量が5重量%未満では、インク受容層と基材シートとの接着力が不足してインク受容層が剥離しやすく、またインク受容層の強度が不十分であり、60重量%を越える場合はインクの受容量が低下したり、耐水性が低下することがある。

また本発明に係るインク受容層形成用塗布液には、インク受容層と基材シートとの接着性を向上させたり、インク受容層の強度、耐候性を向上させたり、またインク受容層の細孔構造を調節することを目的として、上記酸化物粒子およびバインダーの他に、酸化防止剤、セルロース類などの有機ポリマー、バイオ繊維、無機ポリマー、無機微粒子などを含んでいてもよい。

本発明のインク受容層形成用塗布液に用いられる溶媒としては水



および／または有機溶媒が用いられる。有機溶媒としては、イソプロピルアルコール、エタノール、ブタノールなどが挙げられる。

このようなインク受容層形成用塗布液は、上前記アルミナ水和物粒子を水に分散させ、これに上記した各成分を混合することによって調製することができる。

このとき、塗布液中のアルミナ水和物粒子の濃度は、塗布方法によって適宜選択されるが、好ましくは2～40重量%、特に好ましくは5～30重量%の範囲にあることが望ましい。

なお、濃度が2重量%未満では、塗膜形成用の塗工液濃度を高くすることができないため厚膜の塗膜を得ることができず、また濃度が40重量%を越えると塗工液の粘度が高くなり、塗工液のハンドリングができない場合や乾燥ムラを生じることがあり、均一な塗膜を形成することが困難となる場合がある。

#### [インク受容層形成方法およびインク受容層]

基材シート上にインク受容層を形成する方法としては公知の方法が採用でき、基材の種類によって好ましい方法を採用すればよい。

具体的には、前記したインク受容層形成用塗布液を、スプレー法、ロールコーター法、ブレードコーター法、バーコーター法、カーテンコーター法などで、基材シート上に塗布した後、乾燥することによって形成することができる。

また、基材はあらかじめプライマー処理して用いてもよい。

本発明に用いられる基材シートとしては、特に限定されないが、PET、塩ビなどの樹脂製フィルムシート、各種紙、鋼板、布などが用いられる。

このようにして形成されたインク受容層は、全細孔容積が  $0.5 \sim 1.5 \text{ ml/g}$ 、特に  $0.7 \sim 1.3 \text{ ml/g}$  の範囲にあることが好ましい。

インク受容層の全細孔容積が  $0.5 \text{ ml/g}$  未満であると、インクの吸収容量が小さいための滲みが生じ、鮮明で高精度の画像が得られないことがある。またインク受容層の全細孔容積が  $1.5 \text{ ml/g}$  より大きいと、染料の定着性が低下したり、インク受容層の強度が低くなることがある。

基材シート上に形成されるインク受容層の厚さは、シートの厚さ、印刷物の用途、印刷用インクの種類などによって、任意に選定することができるが、通常  $5 \sim 100 \mu\text{m}$  の範囲にあることが望ましい。インク受容層の厚さが  $5 \mu\text{m}$  未満では、インクの吸収容量が不足して、滲みが生じたり、また、インクの使用量を減じた場合は色彩が低下することがある。インク受容層の厚さが  $100 \mu\text{m}$  より大きいものは、一回の塗工で得ることが困難であり、複数回の塗工を行うことは経済性の点で問題となる他、塗工して乾燥する際にひび割れが生じたり剥離することがある。

### 発明の効果

本発明のアルミナ水和物粉末は、特定の量でアルカリ金属酸化物およびアンモニアを含んでいる。このため、アルミナ水和物の表面活性が低く、このアルミナ水和物の表面活性による染料などの有機物の変質が抑制されている。このため、このアルミナ水和物粒子を用いて形成したインク受容層付記録シートは印刷を施したときに変

色したりすることがない。このようなアルミナ水和物粉末は、高濃度に分散させても、ゾルの安定性が低下したり、粘度が高くなることなく、このため厚膜の被膜を形成することができる。

このようなアルミナ水和物粉末は、細孔径が大きく、しかも細孔容積も増大しているので、インク受容層形成用を使用すると、色素の安定性に優れるとともに、インクの吸収速度が早く、吸収容量も大きく、しかも滲みが生じることもない。

### 実施例

以下、本発明を実施例によってさらに詳しく説明するが、本発明はこれら実施例によって限定されるものではない。

#### 実施例 1

##### アルミナ水和物粒子の調製

アルミン酸ソーダ水溶液 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  としての濃度 3 重量%) 12.7 Kg を攪拌しながら、これに濃度 26 重量% のグルコン酸ソーダ水溶液 7.3 g を添加し、次いで硫酸アルミニウム水溶液 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  としての濃度 1.5 重量%) 25 Kg を 12 分間で添加してアルミナヒドロゲルを調製した。このときの温度は 30℃ で、pH は 10.2 であった。

その後、攪拌を停止し、30℃ で 90 分間熟成を行った。

次いで、フィルターにて、生成したアルミナヒドロゲルを濾過し、濃度 1.5 % のアンモニア水によって洗浄した。このときのアルミナ中のアルカリおよび硫酸根の残存量は、 $\text{Na}_2\text{O}$  として 0.022 重量%、 $\text{SO}_4$  として 0.062 重量% (いずれも乾燥したアルミナ粉末基準) であった。

洗浄したアルミナヒドロゲルに水を加えて  $\text{Al}_2\text{O}_3$  として 5.0 重量％に調整し、これに濃度 15 % のアンモニア水を加えて pH を 11.2 に調整し、ゆっくり攪拌しながら 95℃ で 80 時間熟成を行った。なお、熟成中は濃度 15 % のアンモニア水を加えながら pH を 11.2 に維持した。

次いで、温度を 100～105℃ に維持しながら、蒸発する水蒸気およびアンモニアガスを排気しながらアルミナヒドロゲルスラリーの伝導度が  $100\ \mu\text{S}/\text{cm}$  になるまで約 20 時間アンモニア除去操作を行った。

アンモニア除去操作後、温度を 95℃ に下げた後、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  の重量に対して 5.5 重量％の酢酸を添加し、3 時間攪拌した後 35℃ に冷却し、純水を加えて  $\text{Al}_2\text{O}_3$  としての濃度 5.0 重量％のアルミナヒドロゾルを調製した。

次に、噴霧乾燥器により、噴霧乾燥域に供給する熱風の温度が 250℃、乾燥域からの排出ガスの温度が  $100 \pm 10^\circ\text{C}$  の範囲に調整しながら、前記アルミナヒドロゾルを供給して噴霧乾燥し、アルミナ水和物粒子 (A) からなる粉末を得た。

得られたアルミナ水和物粒子 (A) についてアルカリ金属含有量、アンモニア含有量、平均粒子径および全細孔容積を分析した。

結果を表 1 に示す。

#### 水分散ゾルの調製

また、アルミナ水和物粒子 (A) を水に分散させて、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  濃度 20 重量％の水分散ゾルを調製し、粘度を測定した。さらにまた、アルミナ水和物粒子 (A) を、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  として濃度 20 重量％となる

ように分散させた水分散体を調製し、吸光度を測定した。

結果を合わせて表 1 に示す。

#### インク受容層形成用塗布液の調製

上記で得られたアルミナ水和物粒子(A)を固形分濃度 15 重量%となるように水に分散し、この分散液 100 重量部と、濃度 10 重量%のポリビニルアルコール水溶液 37.5 重量部を混合して塗布液を調製した。

#### 記録用シートの調製

次いで、この塗布液をバーコーターにより PET フィルム上に塗布し、乾燥後、140℃で加熱処理して記録用シートを得た。インク受容層の厚さは 30  $\mu$ m であった。

得られた記録用シートについて、下記のように印刷を施し、評価した。

結果を表 1 に示す。

#### 印刷

得られた記録用シートに、純正の染料インクを用いてインクジェットプリンター (GRAPHTEC 社製: Masterjet) により 2 cm 四方のべた塗りのパターン W を印刷した。色はマゼンタ、ブラック、シアンおよびイエローを使用し、出力の変更により濃度を変えて印刷し、以下の評価を行った。

#### [濃度]

濃度はカラー反射計 (日本電色工業製: KRD-2200) により測定した。なお、濃度は 1.2 以上あれば特に問題なく使用できる。

#### [滲み]

各印刷ドットの形状を顕微鏡で観察し、以下の基準で評価した。

完全に円形であり滲みのないもの : ◎

円形であるが僅かに滲みの認められるもの : ○

円形であるが明らかに滲みのあるもの : △

[乾燥速度]

顕微鏡観察により、色の異なる2ドットが重なったものについて色の混合状態を観察し、以下の基準で評価した。

色の混合の認められないもの : ◎

色の混合の僅かに認められるもの : ○

色の混合の明らかに認められるもの : △

[耐水性]

印刷片を水に浸漬して顔料および染料の溶出を観察し、以下の基準で評価した。

滲みの認められないもの : ◎

滲みの僅かに認められるもの : ○

滲みの明らかに認められるもの : △

顔料または染料の溶出の認められるもの : ×

実施例 2

実施例 1 の洗浄工程で、濃度 1.5 % のアンモニア水のかわりに濃度 0.5 % のアンモニア水を使用した洗浄した以外は実施例 1 と同様にしてアルミナ水和物粒子 (B) を調製した。

なお、上記アンモニアによる洗浄後のアルミナ水和物粒子 (B) 中のアルカリおよび硫酸根の残存量は、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  に対して  $\text{Na}_2\text{O}$  として 0.12 重量 % (乾燥基準)、 $\text{SO}_4$  として 0.28 重量 % (乾燥基

準)であった。

また、アンモニア除去工程後のアルミナヒドロゲルスラリーの伝導度は  $250 \mu S/cm$  であった。

得られたアルミナ水和物粒子(B)についてアルカリ金属含有量、アンモニア含有量、平均粒子径および全細孔容積を分析した。

結果を表1に示す。

#### 水分散ゾルの調製

また、アルミナ水和物粒子(B)を水に分散させて、 $Al_2O_3$  濃度 20 重量%の水分散ゾルを調製し、粘度を測定した。さらにまた、アルミナ水和物粒子(B)を、 $Al_2O_3$  として濃度 20 重量%となるように分散させた水分散体を調製し、吸光度を測定した。

結果を表1に示す。

#### インク受容層形成用塗布液の調製

上記で得られたアルミナ水和物粒子(B)を固形分濃度 15 重量%となるように水に分散し、この分散液 100 重量部と、濃度 10 重量%のポリビニルアルコール水溶液 37.5 重量部を混合して塗布液を調製した

#### 記録用シートの調製

次いで、この塗布液をバーコーターによりPETフィルム上に塗布し、乾燥後、 $140^\circ C$  で加熱処理して記録用シートを得た。インク受容層の厚さは  $30 \mu m$  であった。

得られた記録用シートについて、実施例1と同様に印刷を施し、評価した。

結果を表1に示す。

### 実施例 3

実施例 1 のアンモニア除去工程で、アルミナヒドロゲルスラリーの伝導度が  $50 \mu\text{S}/\text{cm}$  になるまで約 80 時間アンモニア除去操作を行った以外は実施例 1 と同様にしてアルミナ水和物粒子 (C) からなる粉末を得た。

得られたアルミナ水和物粒子 (C) についてアルカリ金属含有量、アンモニア含有量、平均粒子径および全細孔容積を分析した。

---

結果を表 1 に示す。

#### 水分散ゾルの調製

また、アルミナ水和物粒子 (C) を水に分散させて、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  濃度 20 重量% の水分散ゾルを調製し、粘度を測定した。さらにまた、アルミナ水和物粒子 (C) を、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  として濃度 20 重量% となるように分散させた水分散体を調製し、吸光度を測定した。

結果を表 1 に示す。

#### インク受容層形成用塗布液の調製

上記で得たアルミナ水和物粒子 (C) を固形分濃度 15 重量% となるように水に分散し、この分散液 100 重量部と、濃度 10 重量% のポリビニルアルコール水溶液 37.5 重量部を混合して塗布液を調製した。

#### 記録用シートの調製

次いで、この塗布液をバーコーターにより PET フィルム上に塗布し、乾燥後、 $140^\circ\text{C}$  で加熱処理して記録用シートを得た。インク受容層の厚さは  $30 \mu\text{m}$  であった。

得られた記録用シートについて、実施例 1 と同様に印刷を施し、



評価した。

結果を表 1 に示す。

#### 実施例 4

実施例 1 の熟成工程で、95℃で80時間熟成のかわりに100℃で80時間熟成を行った以外は実施例 1 と同様にしてアルミナ水和物粒子 (D) からなる粉末を得た。

得られたアルミナ水和物粒子 (D) についてアルカリ金属含有量、アンモニア含有量、平均粒子径および全細孔容積を分析した。

結果を表 1 に示す。

#### 水分散ゾルの調製

また、アルミナ水和物粒子 (D) を水に分散させて、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  濃度 20 重量%の水分散ゾルを調製し、粘度を測定した。さらにまた、アルミナ水和物粒子 (D) を、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  として濃度 20 重量%となるように分散させた水分散体を調製し、吸光度を測定した。

結果を表 1 に示す。

#### インク受容層形成用塗布液の調製

上記で得たアルミナ水和物粒子 (D) を固形分濃度 15 重量%となるように水に分散し、この分散液 100 重量部と、濃度 10 重量%のポリビニルアルコール水溶液 37.5 重量部を混合して塗布液を調製した。

#### 記録用シートの調製

次いで、この塗布液をバーコーターにより PET フィルム上に塗布し、乾燥後、140℃で加熱処理して記録用シートを得た。インク受容層の厚さは 30  $\mu\text{m}$  であった。

得られた記録用シートについて、実施例 1 と同様に印刷を施し、評価した。

結果を表 1 に示す。

#### 比較例 1

##### アルミナ水和物粒子

実施例 1 の噴霧乾燥域に供給する熱風の温度を 450℃、乾燥域からの排出ガスの温度が  $180 \pm 10$ ℃ の範囲に調整した以外は実施例 1 と同様にしてアルミナ水和物粒子 (E) からなる粉末を得た。

得られたアルミナ水和物粒子 (E) についてアルカリ金属含有量、アンモニア含有量、平均粒子径および全細孔容積を分析した。

結果を表 1 に示す。

また、アルミナ水和物粒子 (E) を水に分散させて、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  濃度 20 重量% の水分散体を調製し、粘度を測定した。さらにまた、アルミナ水和物粒子 (C) を、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  として濃度 20 重量% となるように分散させた水分散体を調製し、吸光度を測定した。

結果を表 1 に示す。

##### インク受容層形成用塗布液の調製

上記アルミナ水和物粒子 (E) を固形分濃度 15 重量% となるように水に分散させた分散液 100 重量部と、濃度 10 重量% のポリビニルアルコール水溶液 37.5 重量部を混合して塗布液を調製した。

##### 記録用シートの調製

次いで、この塗布液をバーコーターにより PET フィルム上に塗布し、乾燥後、140℃ で加熱処理して記録用シートを得た。受容

層の厚さは同様に  $30\text{ }\mu\text{m}$  であった。得られた記録用シートについて、実施例 1 と同様に印刷を施し、評価した。

結果を表 1 に示す。

## 比較例 2

### アルミナ水和物粒子

実施例 1 と同様にしてアルミナヒドロゾルを調製し、温度  $50^{\circ}\text{C}$  で減圧にしながら濃縮して濃度 15 重量%のアルミナヒドロゾルとした。

このゾルの一部を風乾してアルミナ水和物粒子 (F) の粉末とした。

得られたアルミナ水和物粒子 (F) についてアルカリ金属含有量、アンモニア含有量、平均粒子径および全細孔容積を分析した。

結果を表 1 に示す。

### 水分散ゾルの調製

また、アルミナ水和物粒子 (F) を水に分散させて、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  濃度 20 重量%の水分散体を調製し、粘度を測定した。さらにまた、アルミナ水和物粒子 (F) を、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  として濃度 20 重量%となるように分散させた水分散体を調製し、吸光度を測定した。

結果を表 1 に示す。

### インク受容層形成用塗布液の調製

上記アルミナ水和物粒子 (F) を濃度 15 重量%となるように分散させたアルミナヒドロゾルを 100 重量部と、濃度 10 重量%のポリビニルアルコール水溶液 37.5 重量部を混合して塗布液を調製した。

### 記録用シートの調製

次いで、この塗布液をバーコーターによりPETフィルム上に塗布し、乾燥後、140℃で加熱処理して記録用シートを得た。受容層の厚さは同様に30μmであった。得られた記録用シートについて、実施例1と同様に印刷を施し、評価した。結果を表1に示す。

### 比較例3

#### アルミナ水和物粒子の調製

アルミン酸ソーダ水溶液 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ としての濃度3重量%) 12.7Kgを攪拌しながら、これに濃度26重量%のグルコン酸ソーダ水溶液7.3gを添加し、次いで硫酸アルミニウム水溶液 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ としての濃度1.5重量%) 25Kgを12分間で添加してアルミナヒドロゲルを調製した。このときの温度は30℃で、pHは10.2であった。次いで、攪拌を停止し、30℃で90分間熟成を行った。

次いで、フィルターにて濾過した後、濃度1.5%のアンモニア水によって十分に洗浄した。このとき、アルミナヒドロゲル中のアルカリおよび硫酸根の残存量は $\text{Al}_2\text{O}_3$ に対して、 $\text{Na}_2\text{O}$ として0.022重量% (乾燥基準)、 $\text{SO}_4$ として0.12重量% (乾燥基準)であった。次いで洗浄したアルミナヒドロゲルに水を加えて $\text{Al}_2\text{O}_3$ としての濃度を5.0重量%に調整し、これに濃度15%のアンモニア水を加えてpHを11.2に調整し、ゆっくり攪拌しながら60℃で10時間熟成を行った。

熟成中は濃度15%のアンモニア水を加えながらpHを11.2に維持した。

次に、温度 95℃で、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  の重量に対して 15.5 重量%の酢酸を添加し、3 時間攪拌した後 35℃に冷却し、純水を加えて  $\text{Al}_2\text{O}_3$  としての濃度 5.0 重量%のアルミナヒドロゾルを調製した。

次に、噴霧乾燥器により、噴霧乾燥域に供給する熱風の温度が 250℃、乾燥域からの排出ガスの温度が  $100 \pm 10$ ℃の範囲に調整しながら、前記アルミナヒドロゾルを供給して噴霧乾燥し、アルミナ水和物粒子 (G) からなる粉末を得た。

得られたアルミナ水和物粒子 (G) についてアルカリ金属含有量、アンモニア含有量、平均粒子径および全細孔容積を分析した。

結果を表 1 に示す。

#### 水分散ゾルの調製

また、アルミナ水和物粒子 (G) を水に分散させて、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  濃度 20 重量%の水分散ゾルを調製し、粘度を測定した。さらにまた、アルミナ水和物粒子 (G) を、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  としての濃度 5 重量%となるように分散させた水分散体を調製し、吸光度を測定した。

結果を表 1 に示す。

#### インク受容層形成用塗布液の調製

上記アルミナ水和物粒子 (G) を固形分濃度 15 重量%となるように水に分散させた分散液 100 重量部と、濃度 10 重量%のポリビニルアルコール水溶液 37.5 重量部を混合して塗布液を調製した。

#### 記録用シートの調製

次いで、この塗布液をバーコーターにより PET フィルム上に塗布し、乾燥後、140℃で加熱処理して記録用シートを得た。受容

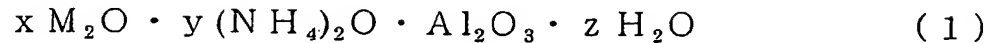
層の厚さは同様に 30  $\mu$ m であった。得られた記録用シートについて、実施例 1 と同様に印刷を施し、評価した。結果を表 1 に示す。

表1

	アルミナ水和物粒子					水和物分散ゾル		インク受容層			
	M <sub>2</sub> O含有量 モル/モルAl <sub>2</sub> O <sub>3</sub> × 10 <sup>-4</sup>	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> O含有量 モル/モルAl <sub>2</sub> O <sub>3</sub> × 10 <sup>-4</sup>	平均粒子 径 (μm)	全細孔容 積 (ml/g)	細孔容積 (15~30nm) (ml/g)	粘度 濃度20重量% (CP)	吸光度 濃度20重量%	反射 濃度	しみ	乾燥 速度	耐水 性
実施例1	3.5	2.8	0.05	0.91	0.50	100	0.82	1.4	◎	◎	◎
実施例2	19.4	15.6	0.06	0.80	0.30	1490	1.18	1.3	○	◎	◎
実施例3	10.0	0.5	0.06	0.82	0.41	135	0.95	1.3	◎	◎	◎
実施例4	12.8	3.9	0.06	1.20	0.71	57	1.25	1.4	◎	◎	◎
比較例1	4.6	3.0	0.30	0.45	0.20	4500	2.80	1.1	△	△	△
比較例2	30.0	155.0	0.50	0.51	0.21	8400	3.10	1.0	△	△	△
比較例3	3.5	25.0	0.03	0.31	0.10	6500	1.57	1.0	△	△	△

## 請求の範囲

1. 下記一般式(1)で表される組成を有し、



$$2 \times 10^{-4} \leq x \leq 2.5 \times 10^{-4}$$

$$0.1 \times 10^{-4} \leq y \leq 2.0 \times 10^{-4}$$

$$0.6 \leq z \leq 2.5$$

(式中、Mはアルカリ金属、xはアルカリ金属を $M_2O$ で表したときの $Al_2O_3$  1モルに対するモル数、yはアンモニアを $(NH_4)_2O$ で表したときの $Al_2O_3$  1モルに対するモル数、zは $Al_2O_3$  1モルに対する水和水( $H_2O$ )のモル数を示す) 平均粒子径が $0.02 \sim 0.2 \mu m$ の範囲にあり、

全細孔容積が $0.5 \sim 1.5 ml/g$ の範囲にあり、かつ

細孔径が $15 \sim 30 nm$ の範囲にある細孔の細孔容積が $0.3 \sim 1.0 ml/g$ の範囲にあることを特徴とするアルミナ水合物粒子。

2. アルミン酸アルカリ金属塩水溶液またはアルミニウム塩水溶液を中和することによってアルミナヒドロゲルを調製し、

アルミナヒドロゲルを濾過し、水および／またはアンモニア水で洗浄し、

アルミナヒドロゲルのpHを $9 \sim 12$ の範囲に調整し、かつ温度を $50 \sim 105^\circ C$ の範囲にして、アルミナヒドロゲルを熟成し、

アルミナヒドロゲルに酸を添加することによって解膠してアルミナヒドロゾルを調製したのち、



該アルミナヒドロゾルを乾燥することを特徴とするアルミナ水和物粒子の製造方法。

3. 請求項1に記載のアルミナ水和物粒子を水に分散してなるアルミナ水和物粒子分散ゾル。

4.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  濃度 20 重量%のときの粘度が 50 ~ 2000 CP の範囲にあることを特徴とする請求項3に記載のアルミナ水和物粒子分散ゾル。

5.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  濃度 20 重量%のときの吸光度 (ABS) が 2.0 以下であることを特徴とする請求項3または4に記載のアルミナ水和物粒子ゾル。

6. 請求項1に記載のアルミナ水和物粒子と  
バインダーとが、

水および／または有機溶媒に分散していることを特徴とするインク受容層形成用塗布液。

7. 基材シート上に請求項6に記載のインク受容層形成用塗布液からインク受容層が形成されてなるインク受容層記録用シート。

37  
Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference SF-686	<b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/JP00/05334	International filing date (day/month/year) 09 August 2000 (09.08.00)	Priority date (day/month/year) 31 August 1999 (31.08.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C01F 7/00, B41J 2/01		
Applicant CATALYSTS & CHEMICALS INDUSTRIES CO., LTD.		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.

2. This REPORT consists of a total of 5 sheets, including this cover sheet.

☐ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of            sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☒ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 28 December 2000 (28.12.00)	Date of completion of this report 02 August 2001 (02.08.2001)
Name and mailing address of the IPEA/JP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP00/05334

## I. Basis of the report

1. With regard to the **elements** of the international application:\*

- ☒ the international application as originally filed
- ☐ the description:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the claims:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, as amended (together with any statement under Article 19  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the drawings:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the sequence listing part of the description:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

2. With regard to the **language**, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.  
 These elements were available or furnished to this Authority in the following language \_\_\_\_\_ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any **nucleotide and/or amino acid sequence** disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages \_\_\_\_\_
- ☐ the claims, Nos. \_\_\_\_\_
- ☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).\*\*

\* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

\*\* Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

**V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement****1. Statement**

Novelty (N)	Claims	1-7	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1, 3-7	YES
	Claims	2	NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-7	YES
	Claims		NO

**2. Citations and explanations**

Document 1: EP, 849223, A1 (Asahi Glass Co., Ltd.), 24  
June 1998 (24.06.98)

1) The invention set forth in Claim 2 does not involve an inventive step in the light of Document 1 cited in the international search report.

Document 1 discloses a process for producing hydrated alumina by preparing an alumina hydrogel by neutralization of an aqueous solution of an aluminate of an alkali metal or an aqueous solution of an aluminium salt, filtering, adding an alkali to the resulting hydrogel in order to adjust the pH to 10, flocculation by holding at 95-97°C for 48 hours (equivalent to the "ageing" in the invention in the present application), followed by addition of acetic acid to deflocculate and prepare an alumina sol, and then drying of said sol. Document 1 also mentions that impurities such as alkali metals are preferably removed from the alumina gel.

Document 1 does not indicate that the alumina hydrogel is washed with water and/or ammonia water, but washing in order to remove impurities is common practice within the art, and a person skilled in the art could easily conceive of washing with water and/or ammonia water

in order to remove impurities from the alumina hydrogel.

2) The inventions set forth in Claims 1 and 3-7 involve an inventive step relative to the documents cited in the international search report. Document 1 does not disclose hydrated alumina which contains specified quantities of alkali metals and ammonium ions and have a specified pore volume and pore diameter, and these features could not be easily deduced by a person skilled in the art.

**VIII. Certain observations on the international application**

The following observations on the clarity of the claims, description, and drawings or on the question whether the claims are fully supported by the description, are made:

In the inventions set forth in Claims 1 and 3-7, ammonia and an alkali metal are essential components in specified proportions.

However, the description presents a process for producing hydrated alumina particles in which there is a sequence of steps involving preparation of an alumina hydrogel by neutralization treatment of an aqueous solution of an aluminate of an alkali metal or an aqueous solution of an aluminium salt, filtering, washing with water and/or ammonia water, ageing, deflocculation with acid and drying.

In the aforementioned production process, neither ammonia nor an alkali metal is essential as a starting material or in the treatment process (when starting from an aqueous solution of aluminium salt and washing with water alone), and there is no treatment to provide specified quantities of ammonia and an alkali metal. Therefore, it is unclear how the hydrated alumina particles in the inventions set forth in Claims 1 and 3-7 are obtained by the aforementioned production process.

Similarly, the invention set forth in Claim 2 is not fully supported in the description, when neither ammonia nor an alkali metal is used as a starting material or in the treatment process, and no treatment is performed to provide specified quantities of ammonia and an alkali metal

PCT

RECD 17 AUG 2001

WIPO

PCT

## 国際予備審査報告

(法第12条、法施行規則第56条)

〔PCT36条及びPCT規則70〕

出願人又は代理人 の書類記号 SF-686	今後の手続きについては、国際予備審査報告の送付通知（様式PCT/ IPEA/416）を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JPO0/05334	国際出願日 (日.月.年) 09.08.00	優先日 (日.月.年) 31.08.99
国際特許分類 (IPC) Int.Cl. C01F7/00, B41J2/01		
出願人 (氏名又は名称) 触媒化成工業株式会社		

- 国際予備審査機関が作成したこの国際予備審査報告を法施行規則第57条 (PCT36条) の規定に従い送付する。
- この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で 4 ページからなる。  
☐ この国際予備審査報告には、附属書類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び/又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び/又は図面も添付されている。  
(PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照)  
この附属書類は、全部で        ページである。
- この国際予備審査報告は、次の内容を含む。
  - ☒ 国際予備審査報告の基礎
  - ☐ 優先権
  - ☐ 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成
  - ☐ 発明の単一性の欠如
  - ☒ PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明
  - ☐ ある種の引用文献
  - ☐ 国際出願の不備
  - ☒ 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 28.12.00	国際予備審査報告を作成した日 02.08.01	
名称及びあて先 日本国特許庁 (IPEA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 安齋美佐子	4G 9439
電話番号 03-3581-1101 内線 3416		

## I. 国際予備審査報告の基礎

1. この国際予備審査報告は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に  
応答するために提出された差し替え用紙は、この報告書において「出願時」とし、本報告書には添付しない。  
PCT規則70.16, 70.17)

☒ 出願時の国際出願書類

- |                                     |         |        |                      |
|-------------------------------------|---------|--------|----------------------|
| <input type="checkbox"/> 明細書        | 第 _____ | ページ、   | 出願時に提出されたもの          |
| <input type="checkbox"/> 明細書        | 第 _____ | ページ、   | 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの |
| <input type="checkbox"/> 明細書        | 第 _____ | ページ、   | 付の書簡と共に提出されたもの       |
| <input type="checkbox"/> 請求の範囲      | 第 _____ | 項、     | 出願時に提出されたもの          |
| <input type="checkbox"/> 請求の範囲      | 第 _____ | 項、     | PCT19条の規定に基づき補正されたもの |
| <input type="checkbox"/> 請求の範囲      | 第 _____ | 項、     | 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの |
| <input type="checkbox"/> 請求の範囲      | 第 _____ | 項、     | 付の書簡と共に提出されたもの       |
| <input type="checkbox"/> 図面         | 第 _____ | ページ/図、 | 出願時に提出されたもの          |
| <input type="checkbox"/> 図面         | 第 _____ | ページ/図、 | 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの |
| <input type="checkbox"/> 図面         | 第 _____ | ページ/図、 | 付の書簡と共に提出されたもの       |
| <input type="checkbox"/> 明細書の配列表の部分 | 第 _____ | ページ、   | 出願時に提出されたもの          |
| <input type="checkbox"/> 明細書の配列表の部分 | 第 _____ | ページ、   | 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの |
| <input type="checkbox"/> 明細書の配列表の部分 | 第 _____ | ページ、   | 付の書簡と共に提出されたもの       |

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である \_\_\_\_\_ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語  
☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語  
☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語

3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表  
☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表  
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表  
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表  
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった  
☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

- ☐ 明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ  
☐ 請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項  
☐ 図面 図面の第 \_\_\_\_\_ ページ/図

5. ☐ この国際予備審査報告は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上記1.における判断の際に考慮しなければならない、本報告に添付する。)



## V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条(PCT35条(2))に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

## 1. 見解

新規性(N)

請求の範囲

1-7

有

請求の範囲

無

進歩性(IS)

請求の範囲

1, 3-7

有

請求の範囲

2

無

産業上の利用可能性(IA)

請求の範囲

1-7

有

請求の範囲

無

## 2. 文献及び説明(PCT規則70.7)

文献1: EP, 849223, A1(ASAHI GLASS COMPANY LTD.)24.6月.1998(24.06.98),

1) 請求の範囲第2項に記載された発明は、国際調査報告で引用された文献1により進歩性を有しない。

文献1には、アルミン酸アルカリ金属水溶液またはアルミニウム塩水溶液を中和することによってアルミナヒドロゲルを調整し、濾過し、得られたアルミナヒドロゲルにアルカリを加えてpH10に調整し、かつ95-97℃に保って48時間凝集化処理し(本願発明の「熟成」に相当する。)、その後、酢酸を加えて解膠してアルミナゾルを調整した後、該ゾルを乾燥するアルミナ水和物の製造方法について記載されている。また、文献1には、アルミナゲルからアルカリ金属等の不純物を除去することが望ましい旨についても記載されている。

文献1には、アルミナヒドロゲルを、水および/またはアンモニア水で洗浄する点については記載されていないが、不純物を除去するために洗浄することは当業者にとって良く行われることであり、アルミナヒドロゲルから不純物を除去するために、更に、水および/またはアンモニア水で洗浄することは当業者が容易に想到し得ることである。

2) 請求の範囲1, 3-7に記載された発明は、国際調査報告で引用された文献に対して進歩性を有する。文献1には、特定のアルカリ金属量及び、アンモニウムイオン量を含む、特定の細孔容積と細孔径を有する水和物アルミナについて記載されておらず、しかも、その点は文献1から当業者といえども容易に想到し得ないものである。

## VII. 国際出願に対する意見

請求の範囲、明細書及び図面の明瞭性又は請求の範囲の明細書による十分な裏付についての意見を次に示す。

請求の範囲第1, 3-7項に記載の発明は、アンモニア及びアルカリ金属を特定の割合で必須成分とする。

一方、明細書には、前記アルミナ水和物粒子の製法として、アルミン酸アルカリ金属塩水溶液またはアルミニウム塩水溶液の中和処理によるアルミナヒドロゲルの調整、濾過、水および／またはアンモニアによる洗浄、熟成、酸による解膠、及び乾燥という各工程を順に行うことが記載されている。

しかしながら、前記製法は、アンモニア、アルカリ金属を原料や処理工程で必ず使用するものではなく（アルミニウム塩水溶液を原料とし、洗浄は水のみで行われる場合を含む）、また、アンモニア及びアルカリ金属の含有量を特定の量とするための処理を行っておらず、前記製造方法によって、請求の範囲第1, 3-7項に係る発明におけるアルミナ水和物粒子がどのように得られるのか不明である。

また、請求の範囲第2項に記載の発明において、アンモニア、アルカリ金属を原料や処理工程で使用しないもの、または、アンモニア、アルカリ金属の含有量を特定の量とするための処理を行わないものについては、明細書に十分に裏付けられているとはいえない。

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2001年3月8日 (08.03.2001)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 01/16026 A1

- (51) 国際特許分類: C01F 7/00, B41J 2/01 (NISHIDA, Hiroyasu) [JP/JP]. 榎本直幸 (ENOMOTO, Naoyuki) [JP/JP]. 小松通郎 (KOMATSU, Michio) [JP/JP]; 〒808-0027 福岡県北九州市若松区北湊町13番2号 触媒化成工業株式会社 若松工場内 Fukuoka (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP00/05334
- (22) 国際出願日: 2000年8月9日 (09.08.2000)
- (25) 国際出願の言語: 日本語 (74) 代理人: 鈴木俊一郎 (SUZUKI, Shunichiro); 〒141-0031 東京都品川区西五反田七丁目13番6号 五反田山崎ビル6F 鈴木国際特許事務所 Tokyo (JP).
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ: 特願平11/245496 1999年8月31日 (31.08.1999) JP (81) 指定国 (国内): JP, KR, US.
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 触媒化成工業株式会社 (CATALYSTS & CHEMICALS INDUSTRIES CO., LTD.) [JP/JP]; 〒210-0913 神奈川県川崎市幸区堀川町580番地 Kanagawa (JP). (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (DE, FR, GB).
- 添付公開書類:  
— 国際調査報告書
- (72) 発明者; および  
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 西田広桑
- 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: NOVEL ALUMINA HYDRATE PARTICLES ALUMINA HYDRATE PARTICLE DISPERSION SOL AND LIQUID COATING FOR FORMING INK-RECEIVING LAYER AND SUBSTRATE HAVING INK-RECEIVING LAYER

(54) 発明の名称: 新規なアルミナ水和物粒子、アルミナ水和物粒子分散ソルおよびインク受容層形成用塗布液およびインク受容層付基材

(57) Abstract: Alumina hydrate particles having a composition represented by the formula:  $M_2O \cdot y(NH_4)_2O \cdot Al_2O_3 \cdot zH_2O$ , wherein  $[2 \times 10^{-4} \leq x \leq 25 \times 10^{-4}, 0.1 \times 10^{-4} \leq y \leq 20 \times 10^{-4}, 0.6 \leq z \leq 2.5, \text{ and } M \text{ is an alkali metal}]$ , having an average particle diameter of 0.02 to 0.2  $\mu m$  and a total pore volume in a range of 0.5 to 1.5 ml/g provided that the total pore volume of the pores having a pore diameter of 15 to 30 nm is 0.3 to 1.0 ml/g. The alumina hydrate particles have a greater pore volume together with a specific range of pore diameter, and a high concentration dispersion sol prepared therefrom exhibits a low viscosity and high transparency. The alumina hydrate particles can be used for forming an ink-receiving layer which provides high stability of dyes, rapid absorption and a large absorption volume for an ink, and no occurrence of bleeding.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/05334

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> C01F7/00, B41J2/01

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C01F7/00, C01F7/02, B41J2/01, B41M5/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAS ONLINE, WPI/L

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	EP, 849223, A1 (ASAHI GLASS COMPANY LTD.), 24 June, 1998 (24.06.98), Claims; page 4, line 57 to page 5, line 6; example 1 & JP, 10-236820, A Claims; Par. No. [0037]; example 1 & JP, 10-231120, A & US, 6048470, A	2 1,3-7
A	EP, 934905, A2 (CANON KABUSHIKI KAISYA), 11 August, 1999 (11.08.99), Full text & JP, 11-286171, A	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
06 November, 2000 (06.11.00)

Date of mailing of the international search report  
21 November, 2000 (21.11.00)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/05334

**Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)**

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:  
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. ☐ Claims Nos.:  
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
3. ☐ Claims Nos.:  
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

**Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)**

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

Inventions of claims 1 and 3 to 7 have technical features of alumina hydrate particles having a specific composition and a specific pore diameter and pore volume, said alumina hydrate particles comprising, as essential components, ammonia and an alkali metal in a specific proportion. Whereas, the invention of claim 2 relates to a method for producing alumina hydrate particles, and has technical features of carrying out the steps of preparation of an alumina hydrogel, filtration, washing, aging, deflocculation by an acid, and drying, in this order. And, the invention of claim 2 does not need the use of ammonia and an alkali metal as a material or in one or more of above steps (the washing step includes a washing by water alone), and also does not comprise the treatment for incorporating ammonia and an alkali metal in a specific proportion into alumina hydrate particles. Therefore, the invention of claim 2 does not relate to a method for producing the alumina hydrate particles according to claim 1. Accordingly, the present claims include two inventions, that is, an invention according to claims 1, 3 to 7 and an invention according to claim 2.

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☒ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.  
☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

## 国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)  
[PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 SF-686	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220) 及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JPO0/05334	国際出願日 (日.月.年) 09.08.00	優先日 (日.月.年) 31.08.99
出願人(氏名又は名称) 触媒化成工業株式会社		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。  
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 4 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

## 1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。

3. ☒ 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☐ 出願人が提出したものを承認する。

☒ 第三欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 図とする。 ☐ 出願人が示したとおりである。

☒ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

## 第Ⅰ欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見 (第1ページの2の続き)

法第8条第3項(PCT17条(2)(a))の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. ☐ 請求の範囲 \_\_\_\_\_ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. ☐ 請求の範囲 \_\_\_\_\_ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. ☐ 請求の範囲 \_\_\_\_\_ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

## 第Ⅱ欄 発明の単一性が欠如しているときの意見 (第1ページの3の続き)

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるとこの国際調査機関は認めた。

請求の範囲第1, 3-7項に係る発明は、特定の組成で、特定の細孔径及び細孔容積を有するアルミナ水和物粒子を技術的特徴とし、該アルミナ水和物粒子の組成はアンモニア及びアルカリ金属を特定の割合で必須成分とする。一方、請求の範囲第2項に係る発明は、アルミナ水和物粒子の製造方法に関し、アルミナドゲルの調整、濾過、洗浄、熟成、酸による解膠、及び乾燥という各工程を順に行うことを技術的特徴とする。そして、請求の範囲第2項に係る発明は、アンモニア、アルカリ金属を原料や処理工程で必ず使用するものではなく(洗浄は水のみで行われる場合を含む)、また、アンモニア及びアルカリ金属を特定の割合で有するための処理を行っていないので、請求の範囲第1項に係る発明のアルミナ水和物粒子の製造方法とはいえない。従って、請求の範囲には、請求の範囲第1, 3-7項に係る発明と、請求の範囲第2項に係る発明の2発明が記載されている。

1. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求の範囲について作成した。
2. ☒ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求の範囲について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったので、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求の範囲のみについて作成した。
4. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったので、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求の範囲について作成した。

## 追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあった。
- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがなかった。

## 第Ⅲ欄 要約 (第1ページの5の続き)

細孔容積が大きく、かつ特定の細孔径の範囲にあり、高濃度の分散ゾルにした時の粘度が低く、しかも透明性の高いアルミナ水和物粒子に関する。

式  $xM_2O \cdot y(NH_4)_2O \cdot Al_2O_3 \cdot zH_2O$  [ $2 \times 10^{-4} \leq x \leq 25 \times 10^{-4}$ 、 $0.1 \times 10^{-4} \leq y \leq 20 \times 10^{-4}$ 、 $0.6 \leq z \leq 2.5$ 、Mはアルカリ金属]で表される組成を有し、平均粒子径は $0.02 \sim 0.2 \mu m$ の範囲にあり、全細孔容積が $0.5 \sim 1.5 ml/g$ の範囲にあり、かつ細孔径が $15 \sim 30 nm$ の範囲にある細孔の細孔容積が $0.3 \sim 1.0 ml/g$ の範囲にあるアルミナ水和物粒子が提供される。前記アルミナ水和物粒子をインク受容層形成用に使用すると、色素の安定性に優れるとともに、インクの吸収速度が早く、吸収容量も大きく、しかも滲みが生じることもない。



## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. 7 C01F7/00, B41J2/01

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. 7 C01F7/00, C01F7/02, B41J2/01, B41M5/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2000年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2000年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAS ONLINE, WPI/L

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	EP, 849223, A1 (ASAHI GLASS COMPANY LTD.) 24. 6月. 1998 (24. 06. 98), 特許請求の範囲、第4頁第57行-第5頁6行、例1 & JP, 10-236820, A, 特許請求の範囲、[0037]、例1 & JP, 10-231120, A & US, 6048470, A	2 1, 3-7
A	EP, 934905, A2 (CANON KABUSHIKI KAISYA) 11. 8月. 1999 (11. 08. 9 9), 全文参照 & JP, 11-286171, A	1-7

☐ C欄の続きにも文献が列举されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

06. 11. 00

国際調査報告の発送日

21. 11. 00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

安齋美佐子



4 G

9439

電話番号 03-3581-1101 内線 3416